

Одним из путей повышения устойчивости подобных концентрирующих материалов является увеличение гидрофобности целлюлозы. Нами проведен подбор оптимального гидрофобизатора для получения тонкослойных целлюлозных фильтров, импрегнированных тиосемикарбазоном тиофен-2-карбальдегида.

Для гидрофобизации использовали высшие карбоновые кислоты, спирты и амины. Стеариновая кислота увеличивала гидрофобность поверхности, однако на поверхности распределялась неоднородно, что приводило к неравномерному покрытию аналитическим реагентом и, следовательно, к увеличению ошибки при детектировании.

Цетиловый спирт также показал удовлетворительные результаты, однако при концентрации в растворе более 2,5% кристаллизовался на поверхности, что снижало сорбционные характеристики материала.

Лучшие результаты из исследованных соединений показал н-октадециламин. При отличной гидрофобизирующей способности он равномерно распределялся по поверхности, надежно и равномерно закрепляя реагент.

В результате выполненных исследований найдены зависимости степени извлечения от pH среды в динамических условиях, определено, что максимальная эффективность извлечения для меди (II) и ртути (II) достигается в диапазоне кислотности среды 6-7, а для серебра (I) и палладия (II) – 8,5 - 9,5. Изменение объема пропускаемого раствора от 10 до 500 мл и скорости от 1 до 2,5 мл/мин не приводит к потерям металлов на стадии их концентрирования.

Методом выходных кривых определяли емкость «до проскока», которая составила для меди (II), ртути (II), серебра (I) и палладия (II) 1,2; 1,6; 1,5 и 1,5 мг/г соответственно. Коэффициент концентрирования для полученного сорбента составил 10^4 .

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ 09-03-96522-р_юг_a и гранта Президента РФ МК-2665.2011.3.

ДИТИОСЕМИКАРБАЗОНЦЕЛЛЮЛОЗА КАК СОРБЕНТ ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

Артемьева Е.Ю., Кошкина Дж.Н., Кошкин В.В.

Кубанский государственный университет
350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, д. 149

Сорбционное концентрирование является одним из ведущих направлений современной аналитической химии. Важную задачу представляет поиск новых сорбентов, позволяющих разрабатывать чувстви-

тельные, селективные и экспрессные методики. Применяемые в анализе сорбционные материалы должны обеспечивать полноту извлечения анализируемых компонентов, хорошую скорость сорбции и высокие аналитические сигналы при определении аналитов инструментальными методами. Таким требованиям отвечают комплексообразующие сорбенты на основе полимерных матриц с химически привитыми функционально аналитическими группировками (ФАГ).

Нами получен дитиосемикарбазонцеллюлозы и исследована возможность его применения в качестве сорбента для разработки комбинированных схем анализа тяжелых металлов, включающих их предварительное сорбционное концентрирование. В качестве исходной матрицы для синтеза сорбента использовали фильтровальную бумагу в виде дисков (фильтры) и микрокристаллическую целлюлозу.

Показано, что фильтры с привитыми тиосемикарбазонными группами в динамическом режиме извлекают Co^{2+} , Cd^{2+} и Hg^{2+} в диапазонах рН 9 - 10, 6 - 9 и 2 - 10,5 соответственно. Величины динамической обменной емкости (ДОО) сорбционных фильтров по данным металлам при оптимальных значениях рН лежат в пределах от 7 до 27 мкмоль/г в зависимости от концентрации сорбата в растворе и скорости фильтрования. Значения ДОО возрастают с уменьшением концентрации металла и скорости пропускания раствора через фильтр. Присутствие макрокомпонентов Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- в количествах, характерных для речных вод, не снижает степень извлечения Co^{2+} , Cd^{2+} и Hg^{2+} .

Полученные фильтры применяли для анализа природных вод на содержание Co^{2+} , Cd^{2+} и Hg^{2+} . Металлы извлекали в динамическом режиме и определяли непосредственно в фазе сорбента методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии. Пределы обнаружения Co^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} по предложенной методике соответственно равны 2,9, 5,7, 1,8 мкг на фильтре (3S критерий).

Сорбционные свойства микрокристаллической дитиосемикарбазонцеллюлозы исследованы в статических условиях на примере Co^{2+} . Установлено, что количественное извлечение 50 мкг металла при рН 9 происходит в течение 30 минут. Предварительное концентрирование на микрокристаллической целлюлозе применяли для спектрофотометрического определения Co^{2+} с нитрозо-Р-солью. Твердофазные концентраты разлагали азотной кислотой под воздействием микроволнового излучения. Минерализованные образцы анализировали на содержание Co^{2+} при $\lambda=500$ нм. Правильность определения подтверждена методом введено-найденно.

Работа выполнена при финансовой поддержке проект 09-03-96522-р_юг_а и гранта Президента РФ МК-2665.2011.3.